



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **07232420 A**(43) Date of publication of application: **05.09.95**

(51) Int. Cl.

B32B 27/36
B32B 27/00
B32B 27/14
G11B 5/62

(21) Application number: **06028269**(22) Date of filing: **25.02.94**(71) Applicant: **TORAY IND INC**

(72) Inventor: **HIRATA JUN**
TAMADA KAZUSHI
MIMURA TAKASHI

(54) **LAMINATED POLYESTER FILM**

(57) Abstract:

PURPOSE: To obtain excellent easy slippability smoothness and easy adhesiveness by forming a specific number or more of projections composed of particles having a shell-core structure wherein the outside is softer than the inside on at least the single surface of a polyester film.

CONSTITUTION: $1 \times 10^5/\text{mm}^2$ or more projections composed of a shell-core structure wherein the outside is softer than the inside are provided on at least the single surface of a polyester film. The core parts of the particles having the shell-core structure are composed of a highly crosslinked and/or crosslinkable polymer and the shell parts thereof are composed of a

thermoplastic polymer. The particles having the shell-core structure are obtained, for example, by performing first stage emulsion polymerization in a system of a monomer forming the core parts, an emulsifier, a polymerization initiator and water and adding a monomer forming the shell parts and a polymerization initiator to the system after polymerization is substantially completed to perform second stage emulsion polymerization. The projections of the particles having the shell-core structure are obtained by applying a coating agent containing the particles having the shell-core structure to a polyester film and drying the coated film before laterally stretching the same.

COPYRIGHT: (C)1995,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-232420

(43) 公開日 平成7年(1995)9月5日

| | | | | |
|----------------------------|-------|-----------|-----|--------|
| (51) Int. Cl. ⁴ | 識別記号 | 序内整理番号 | P I | 技術表示箇所 |
| B 3 2 B | 27/36 | 7421-4F | | |
| | 27/00 | Z 8413-4F | | |
| | 27/14 | 8413-4F | | |
| G 1 1 B | 5/62 | | | |

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 12 頁)

| | | | |
|-----------|-----------------|----------|---|
| (21) 出願番号 | 特願平6-28289 | (71) 出願人 | 000003159 東レ株式会社 東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号 |
| (22) 出願日 | 平成6年(1994)2月25日 | (72) 発明者 | 平田 純 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内 |
| | | (72) 発明者 | 玉田 一志 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内 |
| | | (72) 発明者 | 三村 尚 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内 |

(54) 【発明の名称】 積層ポリエステルフィルム

(57) 【要約】

【目的】 易滑性、平滑性、易接着性、透明性、耐削れ性が共に優れた積層ポリエステルフィルムを提供するものである。

【構成】 ポリエステルフィルムの少なくとも片面に、内側より外側が軟質なシェルコア構造の粒子からなる突起を 1×10^3 個/mm² 以上有することを特徴とする積層ポリエステルフィルム。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ポリエステルフィルムの少なくとも片面に、内部より外部が軟質なシェルコア構造の粒子からなる突起を 1×10^6 個/ mm^2 以上有することを特徴とする積層ポリエステルフィルム。

【請求項2】 ポリエステルフィルムの少なくとも片面に、内部より外部が軟質なシェルコア構造の粒子および水溶性共重合ポリエステルからなる突起を 1×10^6 個/ mm^2 以上有することを特徴とする積層ポリエステルフィルム。

【請求項3】 上記シェルコア構造の粒子のコア部が高架橋および/または架橋性ポリマ、シェル部が熱可塑性ポリマからなることを特徴とする請求項1 また2に記載の積層ポリエステルフィルム。

【請求項4】 上記突起のコア部の周辺にできるボイド断面積が、コア部の断面積の10%以下であることを特徴とする請求項1~3に記載の積層ポリエステルフィルム。

【請求項5】 上記コア部ポリマがスチレン/ジビニルベンゼン共重合体および/またはアクリル共重合体からなり、シェル部が熱可塑性アクリルポリマおよび/またはポリエステルからなることを特徴とする請求項1~4に記載の積層ポリエステルフィルム。

【請求項6】 上記水溶性共重合ポリエステルがポリオキシアルキレングリコール成分を40wt%未満含有してなることを特徴とする請求項2~5に記載の積層ポリエステルフィルム。

【請求項7】 上記シェルコア構造粒子と上記水溶性共重合ポリエステルの固形分比率が9/5~5/9の範囲であることを特徴とする請求項2~6に記載の積層ポリエステルフィルム。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は積層ポリエステルフィルムに関するものである。詳しくは易滑性、平滑性、易接着性、透明性、耐割れ性、走行性、耐久性に優れた積層ポリエステルフィルムに関するものである。

【0002】

【従来の技術】 近年、磁気記録媒体は小型軽量化あるいは長時間記録に伴い情報の高密度記録化が必要となっている。高密度記録化のためには、記録波長の短波長化とともに磁気記録媒体と磁気ヘッド間のスペーシングロスとを極力減少させることが必要であり、これに伴い磁気記録媒体の表面は、より平滑であることが望まれる。中でも、電気メッキ、真空蒸着、スパッタリング、イオンプレーティング等の方法でベースフィルム上に強磁性薄膜を形成して得られた磁気記録媒体は、従来の塗布型磁気記録媒体に比べ磁性層の厚みを約 $1/30$ 以下にできるため、記録波長の短波長化に伴う厚み損失の低減が可能であると共に、平滑なベースフィルムの使用により磁

気記録媒体の表面をより平滑にすることができ磁気ヘッド間のスペーシングロスの低減が可能となるなど高密度記録化に極めて有効となっている。このような強磁性薄膜型磁気記録媒体の研究開発が盛んであるが、そのベースフィルムにおいても種々の検討がなされている。このようなベースフィルムとしては、例えば、特開昭60-957号公報のように基体フィルム上にフッ素系化合物、樹脂及び微細不活性粒子の混合組成物からなる微細突起を有する被覆層を設けた積層ポリエステルフィルムが開示されている。また特開昭60-76340号公報には、ポリエステルフィルム上にプライマーからなる粒状物質をポリエステルフィルムの全表面積に対し占有面積1%以上固着させた積層ポリエステルフィルムが開示されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 しかし前述した積層ポリエステルフィルムには、次のような問題点がある。すなわち前記特開昭60-957号公報のようにフッ素系化合物、樹脂及び微細不活性粒子の混合組成物からなる微細突起を有する被覆層を設けた積層ポリエステルフィルムでは優れた易滑性を保持しているが、被覆層中に微細不活性粒子を均一分散させることが難しく更には凝集粒子による粗大突起を生じ易いため安定した平滑性を有するものが得難く、金属カイドロールを傷つけたり、粒子の脱落などによる磁気記録媒体の走行耐久性や電磁変換特性の低下が見られた。また、前記特開昭60-76340号公報のようにプライマからなる粒状物質をポリエステルフィルムの全表面積に対し、占有面積1%以上固着させた積層ポリエステルフィルムでは、粒状物質の占有面積が高くなると滑り性が極端に悪くなるという現象がみられた。本発明は、これらの従来技術の欠点を解消せしめ、易滑性、平滑性、易接着性が共に優れた積層ポリエステルフィルムを提供するものである。

【0004】

【課題を解決するための手段】 本発明は、ポリエステルフィルムの少なくとも片面に、内側より外側が軟質なシェルコア構造の粒子からなる突起を 1×10^6 個/ mm^2 以上有することを特徴とする積層ポリエステルフィルムをその骨子とするものである。

【0005】 本発明でいうポリエステルフィルムを構成するポリエステルとは、エステル結合を主鎖の主要な結合鎖とする高分子の総称であるが、特に好ましいポリエステルとしては、ポリエチレンテフタレート、ポリエチレン2,6-ナフタレート、ポリブチレンテフタレート、ポリエチレン α , β -ビス(2-キラルフェノキシ)エタン4,4'-ジカルボキシレートなどであり、これらの中でも品質、経済性などを総合的に勘案するとポリエチレンテフタレート(以後PETと略称する)をポリエステルの代表例として記述を進める。PET

Tとは80モル%以上、好ましくは95モル%以上がエチレンテレフタレートを繰り返し単位とするものであるが、他のジカルボン酸成分、ジオール成分を一部共重合しても良い。またこのP E T中に公知の添加剤、例えば耐熱安定剤、耐酸化安定剤、耐熱安定剤、紫外線吸収剤、有機の易溶剤、顔料、染料、有機または無機の微粒子、充填剤、帯電防止剤、核剤などを配合しても良い。上述したP E Tフィルムの極限粘度(25℃のオルソクロロフェノール中で測定)は、 $0.40 \sim 1.20 \text{ dl/g}$ 、好ましくは $0.50 \sim 0.80 \text{ dl/g}$ の範囲にあるものが本発明の内容に達したものである。本発明のポリエステルフィルムは、機械的、熱的特性などから二軸配向されたものであるのが好ましく、たとえばポリエステルとして上記P E Tを用いた場合の二軸配向P E Tフィルムとは、無延伸状態のP E Tシートまたはフィルムを長手方向および幅方向に、各々2.5～5倍程度延伸されて作られるものであり、広角X線回折で二軸配向のパターンを示すものをいう。

【0006】本発明におけるシェルコア構造からなる粒子(以下、シェルコア粒子と略称することがある)とは、内外部のそれぞれが性質の異なるポリマで構成される多層構造のポリマ微粒子を言う。この場合多層とは2層以上のことをいい、性質が径方向に連続的に変化するものでもあってよい。外部(以下、シェル部と略称することがある)はフィルム上に塗布後フィルム基部と反応し、または熱処理を行なうことにより反応、溶融、軟化もしくは変形しフィルム基部に固着する機能を有し、内部(以下、コア部と略称することがある)はシェル部とともにフィルムに適度の滑り性を与える、いわゆる粒子としての機能を担うと考えられる。上記シェル、コア部それぞれの機能分担の観点から、シェル部にはフィルム基部との親和性に優れ、かつ製膜熱処理温度での適切な物理的、化学的、熱的特性を持つことが要求され、コア部には機械的摩擦等によって変形せず、シェル部に対して相対的に大なる硬度を持つことが求められる。

【0007】かかる機能を実現するめのポリマ組成としてはシェル部については熱可塑性樹脂が一般に好ましく、特にアクリル系樹脂、ポリエステル系樹脂等が好ましい。さらにフィルム基部との親和性を高めるため、その分子中に任意の割合でフィルム基部との反応性もしくは親和性を有する官能基、具体的にはカルボキシル基、水酸基、グリシジル基、アミド基、エポキシ基、イソシアネート基等を導入しても良い。これらの官能基は単独、場合によっては二種以上併用しても良い。またシェル部のガラス転移温度(以下T_gと略称する)は好ましくは80℃以下、さらに好ましくは40℃以下がよい。T_gが80℃を越えるとシェルコア粒子のフィルム上からの脱落が目立つようになる。かかる上記組成のポリマをシェル部に使用することにより優れた耐刮削性を発現させることができる。中でも、コア部ポリマとの親和

性、基板に対する密着性、突起ホールド性、易滑性などの点からアクリルおよび/またはポリエステルが好ましく用いられる。このアクリルも特に限定されるものでなく、単独あるいは共重合体のいずれでも良く、ガラス転移点あるいは造膜温度などの変更が容易なことから共重合体が好ましく用いられる。例えば、メチルメタアクリレート(以下、MMAと略称することがある)、エチルアクリレート(以下、EAと略称することがある)、ブチルアクリレートなどがその代表的なものである。必要に応じてアクリル酸(以下、AAと略称することがある)、N-メチロールアクリルアミド(以下、N-MAAと略称することがある)などの架橋性単量体を適当なモル比で共重合することは本発明の効果を損なわない範囲で可能である。これにより三元あるいは四元アクリル共重合体が得られる。また、シェル部を構成するポリエステルとしては、分子内に極性の高いグルーブと疎水性のグルーブとが組み合わさったものが好ましい。極性グルーブとして、水酸基、酸基、エーテル、エステル基、エポキシ、スルホン酸基、ウレタン結合等、疎水性部分としては脂肪族鎖、芳香族鎖等を含むものが良く、ポリエステルエーテル共重合体、ポリエチレングリコール・スルホン酸アルカリ金属塩を含むポリエステル共重合体等が使用できる。

【0008】一方、コア部については尿素樹脂、メラミン樹脂、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、アルキド樹脂、ウレタン樹脂等の熱硬化性樹脂が使用しうるが、特にジビニルベンゼン系樹脂、ポリスチレン系樹脂、アクリル系樹脂、あるいは強度を高めるためそれらの樹脂の同種または異種同士の高架橋および/または架橋性ポリマが望ましい。高架橋ポリマとしては、例えばスチレン/ジビニルベンゼン二元共重合体、スチレン/ジビニルベンゼン/エチレンジビニルベンゼン三元共重合体などの有機粒子が挙げられるが、これらに限定されるものではない。また、架橋性ポリマとしては特に限定されるものではないが、自己架橋性ポリマあるいは架橋ポリマからなるものが突起形成能において特に好ましい。自己架橋性ポリマとは、分子中に架橋性官能基を有し、熱または光により架橋反応を行い、三次元網目構造を生成しうるものであり、代表的なものとしては、アクリルを挙げることができ、これがこれに限定されるものではない。しかし、溶剤の微細化、形成される突起数、易溶性、透明性などの点で本発明ではアクリルが好ましく用いられる。また、架橋性ポリマとして好ましい自己架橋性アクリル系共重合体としては、官能基含有ビニル重合性単量体、炭化水素系ビニル重合性単量体、炭化水素系非共役ジビニル重合性単量体などの共重合化合物が挙げられるが、本発明においては、官能基含有ビニル重合性単量体の共重合体が好ましく用いられる。官能基含有ビニル重合性単量体としては、例えばアクリル

ド、N-メチロールアクリルアミド、N-ブトキシメチルアクリルアミド、ダイアセトンアクリルアミド、メチロールダイアセトンアクリルアミド、2-ヒドロキシエチルメタクリレート、2-ヒドロキシエチルアクリレート、ヒドロキシプロピルアクリレート、3-クロロ-2-ヒドロキシプロピルメタクリレートなどが挙げられ、これらの中から選択されるか特に限定されるものではない。また該突起には、架橋性ポリマが70重量%以上、好ましくは80重量%以上、より好ましくは90重量%以上含むものが好ましい。また、架橋ポリマとは架橋成分により既に架橋されたポリマであり、ポリマは特に限定されないが、本発明においては、アクリルが好ましく用いられる。かかる突起を前記ポリエステルフィルム of の少なくとも片面に設けるのであるが、この中で両面に設ける場合は、以下に述べる突起の説明は少なくとも一方に適用されるものである。本発明における高架橋ポリマとは、前述したように、スチレン/ジニルベンゼン/エチレンジニルベンゼン（共重合比は例えば45/50/5wt%）三元共重合体などであり、通常のポリエステル製膜温度においては熱変形しないものが好ましい。

【0009】シェル部ポリマとコア部ポリマの特に好ましい組み合わせとしては、シェル部ポリマとして、アクリル樹脂、あるいはポリエステル樹脂、コア部ポリマとして架橋性および/または高架橋アクリル、スチレン/ジニルベンゼン共重合体が挙げられる。

【0010】シェルコア粒子が2層で構成される場合、そのシェル/コア重量比は自由に選択しうるが、好ましくは10/1〜1/10、さらに好ましくは10/1〜1/3が望ましい。シェル/コア重量比が10/1より大きくなると多層構造を持たない有機粒子としての性質をより強く帯びるようになり、熱や機械的摩擦による変形が大きくなる。また1/10より小さくなると無機粒子的な性質が強くなり、フィルムとの固着性低下、該粒子の脱着等が顕著となる。いずれの場合もフィルムの加工性に悪影響を及ぼし易い。

【0011】粒子の形状としては、球形、楕円形、長方体形、立方体形等いずれであっても良いが、特に球形粒子が好ましい。

【0012】平均粒径は3〜100nm、より好ましくは5〜50nmの範囲にあって粒度分布が均一であるものが好ましい。平均粒径が3nmを下回ると溶り性、耐削性が悪化し、ロール状に巻取った場合はブロッキング現象が発生しやすくなる。また平均粒径が100nmを超えると磁気記録テープ等に加工した場合、磁気ヘッドとのスベッシングが大きくなり高密度の磁気記録媒体として供することが困難となる場合がある。

【0013】本発明のシェルコア構造の粒子からなる突起を得るには、シェルコア粒子を含有した塗料をポリエステルフィルム上に塗布した後乾燥し、膜延伸すること

で可能である。本発明のシェルコア構造の粒子からなる突起においては、コア部として高架橋および/または架橋性ポリマ等からなる硬質のものを用いるためその突起形成能が高く、さらに突起の周辺を熱可塑性高分子等の軟質のものと包含する構造であるため、突起の脱落が少なく割れに対しても強い突起を形成することができる。高架橋ポリマおよび/または架橋性ポリマ等の硬質のもの単独で突起を形成した場合、突起の脱落や突起高さが高過ぎるなどの欠点が生じる。逆に熱可塑性ポリマ等の軟質のもののみで突起を形成しようとすると、熱による変形が大き過ぎて突起形成能が著しく劣り、均一突起を形成し難いので好ましくない。また、高架橋ポリマおよび/または架橋性ポリマ等の硬質のものに熱可塑性ポリマ等をブレンドして突起を形成しようとすると、シェルコア構造の粒子に見られるコア部ポリマとシェル部ポリマのインターアクションが不十分ため、コアの周辺にボイド（いわゆる空隙）を生じるため透明性を損ったり、凝集力不足による粒子の脱落などが生じるので好ましくない。

【0014】本発明においては、突起を形成するコア部の周りにできるボイドの断面積がコア部の断面積の10%以下が好ましく、より好ましくは5%以下、さらに好ましくは3%以下である。上に述べた理由により、本発明のシェルコア構造の粒子からなる突起は極めてボイドが少なくなる。これらの相反する現象を両立するためには、本発明のシェルコア構造の粒子が最適となる。

【0015】本発明のシェルコア構造の粒子の製造方法は特に限定されるものではなく、通常の乳化重合を用いて容易に製造することができる。例えば、まず重合体粒子の核（コア）部分を形成するモノマ、乳化剤、重合開始剤および水の系で第一段乳化重合を行ない、重合が実質的に終了した後、殻（シェル）部分を形成するモノマと重合開始剤を添加し、第二段乳化重合を行なう。この際、生成する合成樹脂粒子を2層構造とするため、第二段乳化重合においては乳化剤を添加しないが、あるいは添加したとしても新しい粒子を形成しない程度の量にとどめ、第一段乳化重合で形成された重合体粒子において実質的に重合が進行するように配慮するのが有利である。本発明の高架橋あるいは架橋性ポリマをコア（核）として、その周りに熱可塑性ポリマ（シェル）を付加させたシェルコア構造の粒子は以上述べたような二段階乳化重合などのプロセスによって得られる。

【0016】本発明のシェルコア構造粒子の形態は特に限定されるものではないが、衛生環境、防塵、突起形成の均一性、安定性、ハンドリング性等種々の面から水分散体が好ましく用いられる。水分散体の固形分は特に限定されないが、水分散体の安定性、保存性、凝集防止性などから50wt%以下が通常好ましい。

【0017】本発明のシェルコア構造粒子のフィルム基板への塗布においては、耐削れ性などの観点から他の無

機粒子、有機粒子、無機コロイドなどを含有しないことが好ましいが、本発明の種別フィルムの特性を損なわない範囲であるなら少量添加しても差し支えない。その場合、粒子の添加量は、樹脂100重量部に対して10重量部以下が好ましく、5重量部以下がより好ましい。また、本発明の効果を損なわない範囲であるなら、突起の平面性、易滑性、接着性などを向上するために、シェルコア構造粒子にメチルセルロース、エチルセルロースなどのセルロース系高分子あるいは各種界面活性剤、各種カップリング剤（シラン、チタンなど）などを添加しても良い。添加量はシェルコア構造粒子の固形分に対して1〜30%、好ましくは3〜20%の範囲が好ましい。

【0018】本発明では、突起の平面性、粒子形態などを損なわないためには、シェルコア構造粒子のみで突起を形成することが好ましいが、密着性、機械強度をより良好せしめるために、突起に水溶性共重合ポリエステルや架橋結合剤を含有しても良い。

【0019】本発明における水溶性共重合ポリエステルとは特に限定されるものではないが、酸成分として芳香族ジカルボン酸を60モル%以上とするとか耐ブロッキング防止性、耐溶剤性から好ましい。芳香族ジカルボン酸としては特に限定されることはないが、好ましいジカルボン酸としてはテレフタル酸、イソフタル酸、ナフタレンジカルボン酸である。本発明の水溶性共重合ポリエステルは、水溶性付与の点からエステル形成性スルホン酸アルカリ金属塩化合物を全酸成分に対して5〜40モル%添加することが好ましい。エステル形成性スルホン酸アルカリ金属塩化合物が5モル%未満では、十分な水溶性および接着性が得られない。一方、40モル%を超えると接着性は飽和に達し、逆に耐ブロッキング防止性、耐溶剤性が低下する。エステル形成性スルホン酸アルカリ金属塩化合物としては特に限定されることはないが、例えばスルホテレフタル酸、5-スルホイソフタル酸、2-スルホイソフタル酸、4-スルホイソフタル酸、4-スルホナフタレン-2、6-ジカルボン酸等のアルカリ金属塩を挙げることができ、なかでも5-スルホイソフタル酸、スルホテレフタル酸のナトリウム、ナトリウム、カリウム塩が好ましく用いられる。

【0020】また、本発明の水溶性共重合ポリエステルのグルー成分は特に限定されるものではないが、炭素数2〜8の脂肪族グリコールおよび/または炭素数6〜16の脂環族グリコール80〜99モル%、エチレングリコール3〜18モル%が好ましい。炭素数2〜8の脂肪族グリコールおよび/または炭素数6〜16の脂環族グリコールが80モル%未満あるいはエチレングリコールが20モル%を超えた場合は耐ブロッキング性、易滑性、耐溶剤性が劣るようになるので好ましくない。一方、炭素数2〜8の脂肪族グリコールおよび/または炭素数6〜16の脂環族グリコールが99モル%を超え、あるいはエチレングリコールが1モル%未満の

場合は耐ブロッキング性は良好であるものの、水溶性および接着性に劣る。

【0021】炭素数2〜8の脂肪族グリコールおよび/または炭素数6〜16の脂環族グリコールとしては、例えばエチレングリコール、1, 2-プロパンジオール、1, 3-プロパンジオール、ネオペンチルグリコール、1, 3-ブタンジオール、1, 4-ブタンジオール、1, 5-ペンタンジオール、1, 6-ヘキサジオール、1, 2-シクロヘキサジメタノール、1, 3-シクロヘキサジメタノール、1, 4-シクロヘキサジメタノール等のグリコールを挙げることができ、中でも好ましいものとしてはエチレングリコール、ネオペンチルグリコール、1, 4-ブタンジオール、1, 4-シクロヘキサジメタノールである。これらのグリコールは1種のみで用いてもよく、また2種以上併用しても良い。

【0022】本発明における水溶性共重合ポリエステルには上述の酸成分およびグリコール成分以外に、本発明の効果を損なわない範囲で脂肪族ジカルボン酸、オキシ酸あるいは単官能化合物、三官能以上の多官能化合物等の他の成分を含んでもよい。これら他の成分の含有量は、本発明の効果を損なわない範囲であれば特に限定されないが、通常30モル%程度以下である。

【0023】本発明の水溶性共重合ポリエステルにおいては、上記に述べたような組成にポリオキシアルキレングリコールを40wt%未満含有することがさらに好ましい。ポリオキシアルキレングリコールが多すぎると水溶性が劣るようになる。ポリオキシアルキレングリコール成分の種類は特に限定されることはないが、優れた水溶性、接着性等の点からポリオキシアルキレングリコール成分の数平均分子量600〜4000が好ましい。このようなポリオキシアルキレングリコール成分としては、例えばポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、ポリテトラメチレングリコール等を挙げることができるが、中でも水溶性、接着性などの点からポリエチレングリコールが好ましい。

【0024】本発明のポリオキシアルキレングリコール成分を共重合ポリエステルに含有させる方法は特に限定されるものではなく、例えばポリオキシアルキレングリコール成分を共重合ポリエステルの製造工程の任意の段階で添加する方法、あるいは共重合ポリエステルとポリオキシアルキレングリコール成分とを押出機等を用いて溶融混練りする等方法を挙げることができる。この際、ポリオキシアルキレングリコール成分は粉体、溶融あるいは溶液状態等任意の方法で添加することができる。

【0025】また、本発明の水溶性共重合ポリエステルの固有粘度は特に限定されるものではないが、接着性の点で0.3dl/g以上が好ましく、さらに0.4dl/g以上が好ましい。本発明の水溶性共重合ポリエステルは、水に溶解し、水溶液として使用する。この水溶

液とは物理的、化学的な意味で厳密性を有するものではなく、水に大部分が溶解し、一部が微分散しているようなものも含むものである。

【0026】本発明における水溶性共重合ポリエステルは、内部より外部が軟質なシェルコア構造の粒子からなる突起を形成する際に、ポリエステルフィルム基板上に該突起をより強固に接着する役割を担うものであり、さらに突起全体を水溶性共重合ポリエステルの被膜が覆うため粒子の脱落を防止し、突起の高さを調節する効果もある。この際、該水溶性共重合ポリエステルにポリオキシアルキレングリコール成分を含有することで、接着性、耐割れ性、耐溶剤性等を向上することができるものである。これはポリオキシアルキレングリコール成分の結晶性に起因するものであり、水溶性共重合ポリエステル中にポリオキシアルキレングリコール成分を含有することにより塗膜の結晶性が高まる結果と推定している。

【0027】本発明の水溶性共重合ポリエステルの製造は、従来公知の任意の方法を採用することができ、特に限定されるものではない。例えば組成成分としてテレフタル酸、5-ナトリウムスルホイソフタル酸およびグリコール成分としてエチレングリコール、ジエチレングリコールからなる共重合ポリエステルについて説明すると、テレフタル酸、5-ナトリウムスルホイソフタル酸およびエチレングリコール、ジエチレングリコールとを直接エステル化反応させるか、テレフタル酸のアルキルエステル、5-ナトリウムスルホイソフタル酸のアルキルエステルおよびエチレングリコール、ジエチレングリコールとをエステル交換反応させる第1段階と、この第1段階の反応生成物を重縮合反応させる第2段階とによって製造する方法等挙げることができる。この際、反応触媒として、従来公知のアルカリ金属、アルカリ土類金属、マンガニン、コバルト、亜鉛、アンチモン、ゲルマニウム、チタン化合物等が用いられ、さらに着色防止剤としてリン化合物等を用いても良い。

【0028】また、シェルコア構造粒子と水溶性共重合ポリエステルの固形分比率は、95/5～5/95、好ましくは80/20～20/80の範囲である。水溶性共重合ポリエステルの比率が低すぎると突起ホールド性におとる傾向にあり、逆に高すぎると表面粗度の上昇を招き、粒子の凝集が発生しやすくなる。

【0029】本発明でいう架橋結合剤とは、アクリル系共重合体に存在する官能基、例えば、ヒドロキシル基、カルボキシル基、グリンジル基、アミド基などと架橋反応し、最終的には三次元網状構造を有するための架橋剤であれは特に限定されないが、代表例としてはメチロル化、あるいはアルキロール化した尿素系、メラミン系、アクリルアミド系、ポリアミド系樹脂、およびエポキシ化合物、イソシアネート化合物、アジジン化合物などを挙げることができる。その中でも架橋フィルムとの密

着性、機械強度などの点でメチロル化メラミン、イソシアネート化合物が好ましい。これらの架橋結合剤は単独、場合によっては二種以上併用しても良い。添加する架橋結合剤の量は架橋結合の種類によって適宜選択されるが通常は樹脂固形分100重量部に対し0.01～50重量部が好ましく、0.1～30重量部がより好ましい。添加量が0.01重量部未満では架橋効果が低く、50重量部を超えるものは突起の密着性が低下したり、更には塗布性が悪化し均一層を形成しにくい。また架橋結合剤に、架橋触媒を併用しても良い。架橋触媒としては塩類、無機物質、有機物質、酸物質、アルカリ物質など公知のものを用いることができる。添加する架橋触媒の量は、樹脂固形分100重量部に対し0.001～10重量部、好ましくは、0.1～5重量部である。架橋剤を加えた塗料は基材フィルムに塗布後、加熱、紫外線、電子線などによって架橋されるが、通常は加熱による方法が一時的である。

【0030】本発明における突起とは、基材ポリエステルフィルム表面上に形成された粒状のシェルコア構造粒子からなるもので、シェルコア構造粒子とすることにより、コア部ポリマは高架橋あるいは架橋性ポリマゆえに微細均一突起としての形態を保ちつつ、シェル部ポリマに包含されつつ、シェル部ポリマが加熱溶融あるいは加熱軟化により基材ポリエステルフィルムに密着し、基材ポリエステルフィルムとの間での凝着力等で接着されることにより形成される。また、シェル部ポリマは核となるコアポリマの高き調整の役割も果たしている。

【0031】本発明における基材フィルムであるポリエステルフィルムの厚みは特に限定されるものではないが、1～500 μ m、好ましくは3～250 μ mの範囲が基材フィルムとしての実用面での取り扱い性に優れている。また、ポリエステルフィルムの表面粗さ(Ra)や光学ヘイズ等は特に限定されるものではないが、表面粗さ(Ra)は0.03 μ m以下、好ましくは0.01 μ m以下であるのが望ましい。本発明フィルムを構成するシェルコア構造粒子からなる突起とは、突起を含む積層厚みが0.0001～0.05 μ mが好ましく、0.001～0.025 μ mの範囲がより好ましい。積層厚みが0.0001未満では均一積層が難しいのみならず易溶性のある突起が得にくい。0.05 μ mを超えるものは突起が造膜性を持つようになり、突起が出来にくくなるので好ましくない。また、該突起は、基材ポリエステルフィルムや導電性層との接着促進剤としてエポキシ化合物、アジジン化合物、ビニル化合物などの反応性化合物やシランカップリング剤等を含有せしめても良い。さらに必要に応じて、本発明の効果を損なわない量での公知の添加剤、例えば、塗布性改良剤、帯電防止剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、防錆剤、染料、消泡剤、増粘剤などを含有せしめても良い。

【0032】本発明におけるシェルコア構造粒子からな

11

る突起が単位面積あたりに占める個数は、 1×10^4 個/ mm^2 以上である必要があり、好ましくは 1×10^5 個/ mm^2 以上さらに好ましくは 5×10^7 個/ mm^2 以上である。この値以上であると強磁性薄膜を形成させた場合形成面での易滑性が十分となり、また、電磁変換特性がより良好となる。

【0033】また、本発明のフィルムは該突起が一方に配向した後、さらに同方向に延伸（再横延伸）して配向を強化してその後熱処理されることが望ましく、この延伸・再延伸・熱処理作用によって突起がより均一化、微細化できるので望ましい。次に本発明の製造方法について説明するが、当然これに限定されるものではない。

まず、常法によって重合されたポリエステルのペレットを十分に乾燥した後、公知の押出機、好ましくは圧縮比 3.8 以上の溶融押出機に供給し、ペレットが溶融する温度以下、ポリマが分解する温度以下の温度でスリット状のダイからシート状に溶融押し出し、冷却固化せめて未延伸シートを作る。この際、未延伸シートの固有粘度はフィルム特性から 0.5 以上であることが望ましい。

次に、該未延伸シートを $70 \sim 120^\circ\text{C}$ で 2.0～5.0 倍延伸したフィルム上に、本発明のシェルコア構造粒子を所定量に調整した塗料を塗布し、塗膜を乾燥させて所定の塗布層を設けた後 $70 \sim 150^\circ\text{C}$ で 2.0～5.0 倍横延伸する。また、必要に応じて再横延伸しても良い。さらに、二軸配向フィルムは $150 \sim 250^\circ\text{C}$ で 0～10% 弛緩を与えつつ $1 \sim 60$ 秒熱処理する。塗布方法は、特に限定されないが、高速で薄膜コートすることが可能であるという理由から水分散化させた塗料のグラビアコート法、リバースコート法、キップコート法、ダイコート法、メタリングバーコート法などの公知の方法を適用するのが好適である。この際、フィルム上には塗布する前に必要に応じて空气中あるいはその他の種々の雰囲気中でのコロナ放電処理など公知の表面処理を施しても良い。この表面処理によって、塗布性が良好するのみならず該突起をより強固にフィルム表面上に形成できる。なお、塗料濃度、塗膜乾燥条件は特に限定されないが、塗膜乾燥条件はポリエステルフィルムの諸特性に影響を及ぼさない範囲で行うのが好ましい。なお、本発明の突起を得るには、熱処理後の積層フィルムにおける塗布量が、 $0.001 \sim 0.05 \text{ g/m}^2$ 、好ましくは $0.0005 \sim 0.03 \text{ g/m}^2$ 、より好ましくは $0.001 \sim 0.01 \text{ g/m}^2$ の範囲が望ましい。塗布量が 0.0001 g/m^2 以下では突起数が少なく充分な易滑性を付与することが難しい場合があり、 0.05 g/m^2 以上では突起が造膜性を妨げようになり、突起の形成が難しくなる場合がある。以上のようにして本発明の積層ポリエステルを作ることができ、この積層ポリエステルの該突起形成面に強磁性薄膜層を設けることにより強磁性薄膜型磁気記録媒体を製造することができる。こ

こで、該強磁性薄膜とは、鉄、コバルト、ニッケルのよ

12

うな強磁性金属あるいは、Fe-Co、Fe-Ni、Fe-Rh、Fe-Cu、Fe-Au、Co-Cu、Co-Au、Co-Y、Co-La、Co-Pr、Co-Gd、Co-Sn、Co-Pt、Ni-Cu、Fe-Co-Nd、Mn-Bi、Mn-Sn、Mn-Al のような磁性合金を真空蒸着法、イオンプレーティング法、スパッタリング法、イオンビームデポジション法、電解蒸着法、電解メッキ法等によってフィルム上に形成したものである。本発明の積層ポリエステルフィルムに適用する強磁性薄膜は、前記のどのような方法によって製造されたものでも勿論用いることができるが、蒸着方向が長手方向に傾斜 ($90^\circ \sim 30^\circ$) し幅方向には傾斜していないもので、雰囲気として O_2 または O_2 と Ar を導入しながら 1×10^{-5} Torr で蒸着したものが好ましく用いられる。また、強磁性薄膜の厚みは、通常 $0.01 \sim 1 \mu\text{m}$ 好ましくは $0.05 \sim 0.3 \mu\text{m}$ が用いられる。このように、透明性、易滑性、平滑性、易接着性などに優れているため、磁気材料、グラフィック、写真フィルム、包装用フィルム、トレーシング、電気絶縁材料用途などに好適である。

【0034】

【測定法】本発明における特性の測定方法および効果の評価方法は次のとおりである。

【0035】(1) 液膜層厚み

日立製作所製透過型電子顕微鏡 HU-12 型を用い、積層フィルムの超薄断面切片を観察し、厚みを求める。

【0036】(2) 表面粗さ (2 乗平均粗さ)

Digital Instruments 社製の原子間力顕微鏡 NanoScope IIA FM D ヘッドを使用し以下の条件で 2 乗平均粗さ (平面をフィッティングした時の標準偏差、単位 nm) を測定した。

【0037】探針 (tip) Si N カンチレバー—体型針 “Nano Probe”

走査モード カ一定モード (トポグラフィックモード)

走査範囲 $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$

走査速度 0.69 Hz

測定環境 室温、大気中

(3) 易滑性 (静摩擦係数 μ_s 、動摩擦係数 μ_k)

フィルム同士の摩擦係数は、ASTM-D-1894-63 に準じ静摩擦係数 μ_s を測定した。一般に易滑性に優れているとされる範囲は、 μ_s で 1.6 以下、好ましくは 1.2 以下である。

【0038】フィルムと金属ポストとの動摩擦係数 μ_k の測定は動摩擦係数器 (TBT-300、横浜システム研究所製) を用い 25°C 、相対湿度 50% の雰囲気下で、コーティング面あるいは強磁性薄膜形成面を外径 8 mm ϕ の SUS420J2、表面粗度 0.2 S のポストに巻付け角 180° で接触させ、 3 cm/s の速さで、移動させた後、入側張力 T1 が 2.5 g となるように張力をコントロールして、出側張力 T2 の値 (g) か

ら次式で動摩擦係数 μ_k を算出する。

$$\begin{aligned} \text{【0039】 } \mu_k &= (2/\pi) \ln(T_2/T_1) \\ &= 0.637 \ln(T_2/T_1) \end{aligned}$$

(4) 易接着性

ベルジャー型高真空蒸着装置(日本真空技術(株)製EBH-6型)を用いて約 1×10^{-5} mmHgの真空度でアルミニウム蒸着面にニチバン株式会社製市販セロファン粘着テープを張合せ、ハンドローラーを用いて約5Kgの荷重をかけ圧着後、 180° 方向に強制剥離した後のアルミニウム残存付着面で評価した。評価判定の基準は、アルミニウム蒸着膜層残存付着面積が95%以上を非常に良好(◎)、90%以上95%未満を良好(○)、75%以上90%未満をやや劣る(△)、75%未満を下良(×)とした。該残存付着面積が大きほど接着性は優れている。

【0040】(5) 粒状突起の個数、形状

FE-SEM(電解放射型走査型電子顕微鏡、日立(株)製、S-800型)を使用して、加速電圧10KV、試料傾斜角度 30° で写真撮影して粒状突起の数をカウントし面積換算により mm^2 当たりの突起個数を算出した。

【0041】また、(株)小坂研究所製の非接触三次元微細形状測定器E-30HK型を用いて突起高さ、平均粗さ、平均深さ、最大粗さなどを測定した。(いずれも平均値として算出した)

(6) 突起の高さ、突起の径

原子間力顕微鏡(AFM)(NanoScope II AFM Digital Instruments 社製)を使用して、突起の高さ、突起の径、2乗平均粗さ、最大最小粗さなどを算出した。

【0042】(7) 磁性層の厚み

真空蒸着、スパッタリングなどによる磁性層の場合には、第二精工舎製の蛍光X線微小部厚計STF-156を用いて測定した。(nm)

(8) ボイド率

TEM(透過型電子顕微鏡、日立(株)製H-600型、加速電圧10KV、)を用いて、超薄切片法により、延伸方向切片の突起断面を観察し、その時の核の断面積を T とし、核の周りに存在するボイドの断面積を S とした時、ボイド率 $V=S/T$ (%)として表わした。なお、この値は $n=5$ の平均値として表わした。

【0043】(9) 走行耐久性

フィルムを幅 $1/2$ インチのテープ状にスリットしたものをテープ走行試験機STF-700型(横浜システム研究所製)を使用し、 20°C 、60%RH雰囲気下で走行させ、初期の摩擦係数 μ_{K1} と50回繰返し走行させた時の摩擦係数 μ_{K50} を下記の式より求めた。

$$\text{【0044】 } \mu_K = (2/\pi) \ln(T_2/T_1)$$

$$\Delta \mu_K = \mu_{K50} - \mu_{K1}$$

ここで、 T_1 は入側張力(50g)、 T_2 は出側張力で

ある。ガイド径は6mmφであり、ガイド材質はSUS27(表面粗度0.25)、巻き付け角は 90° 、走行速度は3.3cm/秒である。この測定によって得られた $\Delta \mu_K$ が0.03未満の場合は(◎)、0.03以上0.04未満の場合は(○)、0.04以上0.06未満の場合は(△)、0.06を超える場合は(×)と判定した。

(10) 電磁変換特性

試料磁気記録媒体を再生した時の出力信号を一面分で見した場合に、出力信号が強く、かつ信号波形がフラットであるものを(良好)、出力信号が弱いか信号波形が変形しているものを(不良)と判定した。

【0045】(11) 耐削れ性

積層ポリエチレンフィルムを25~30cm長さ、幅 $1/2$ インチにサンプリングし、レーザー刀を被覆層面に対して 90° の角度、深さ0.5mmの条件であてがえ、荷重500g/0.5インチ、速度6.7mm/secで走行させたときに、レーザー刀に付着した削れ粉の深さ方向の幅を顕微鏡写真撮影($\times 160$ 倍)して求めた。削れ粉の深さ方向の幅が2 μm 未満を(◎)、2 μm 以上3 μm 未満を(○)、3 μm 以上5 μm 未満を(△)、5 μm 以上を(×)とした。当然のことながら削れ粉の付着深さが小さい程削れ性に優れていることは言うまでもない。

【0046】(12) フィルムの透明性(ヘイズ)

JIS-K-6714により、日本精密光学(株)ヘイズメータSEP-H-2で測定した。

【0047】(13) ガラス転移温度

突起形成樹脂のガラス転移温度は示差走査熱量計(PERKIN ELMER DSC-2型(PERKIN ELMER社製))を用いて昇温速度 $10^\circ\text{C}/\text{分}$ で測定した。

【0048】

【実施例】

実施例1

常法によって製造された重合触媒残渣等に基づく内部粒子ならびに不活性粒子をできる限り含まない、溶液ヘイズ0.8%のポリエチレンテレフタートのホモポリマチック(固有粘度=0.62、融点 259°C)を 180°C で2時間減圧乾燥(3mmHg)した。このチップを 280°C で圧縮比3.8のスクリュウを有した押出機に供給しT型口金から溶融押出し、静電印加法を用いて表面温度 20°C の冷却ドラムに巻き付けて冷却固化せしめ、未延伸フィルムとした後、得られたフィルムを 90°C でロール延伸によって縦方向に3.5倍延伸し、表面にコロナ放電処理を施した後、コア部が架橋性アクリルからなり、シェル部が熱可塑性アクリルからなるシェルコア構造粒子(固形分濃度30重量%、平均粒子径65nm、シェル/コア比=1/1(重量比)、シェル $T_g=0^\circ\text{C}$ 、コア $T_g=75^\circ\text{C}$)を更に純水で希釈し、固形分濃度0.

15重量%の塗料を調製した。この塗料を、前記一軸延伸フィルムの片面にメタリングバーコート法で塗布した後、該塗布層を乾燥しつつ100℃で横方向に3.6倍延伸し、さらに200℃で横方向に5%再延伸した後、横方向に2%弛緩しつつ225℃で5秒間熱処理して、熱処理後の積層フィルムにおける塗布量0.005 g/m²が積層された、厚さ12 μmの積層ポリエステルフィルムを得た。この積層ポリエステルフィルムの各特性を表1及び表2に示した。次いで、該フィルムに電子ビーム蒸着法にてCo-Ni合金(Ni 20重量%)を1500オングストローム斜め蒸着した。該蒸着フィルムの蒸着面にトリクロロトリフルオロエタンの分散したパーフルオロポリアルキルエーテル金属塩を固形分で約30 mg/m²塗布し、さらに該フィルムの裏面にアルキルリン酸エステルを含むポリイソシアネート、ポリウレタンおよびニトロセルロースからなる混合物を乾燥後の厚さが0.8 μmになるように塗布してバックコート層を形成した後、1/2インチ幅にスリットして磁気テープを得た。この磁気テープ特性を評価した結果を表2に示した。

【0049】実施例2

実施例1に基づいて、実施例1と同様の塗料で熱処理後の積層フィルムにおける塗布量0.03 g/m²が積層された、積層ポリエステルフィルムを得た。次に実施例1と同様の方法にて斜め蒸着後、磁気テープを得た。積層ポリエステルフィルムおよび磁気テープの特性を表1及び表2に示した。表1及び表2に見る如く、積層ポリエステルフィルムが本発明の範囲内にある場合は、走行性、特に繰り返して走行の耐久性や電磁波変換特性の良好な磁気記録媒体を得られるが、本発明の範囲外(比較例1~4)では、各特性が共に優れた磁気記録媒体を得ることができないことが判る。

【0050】実施例3

実施例1に基づいて、実施例1と同様の塗料で熱処理後の積層フィルムにおける塗布量0.01 g/m²が積層された、積層ポリエステルフィルムを得た。以下、実施例1と同様に磁気テープを得た。積層ポリエステルフィルムおよび磁気テープの特性を表1及び表2に示した。

【0051】実施例4

実施例1に基づいて、実施例1の塗料に替えて、コア部のポリマが $\text{C}_{40}\text{H}_{72}\text{N}_2\text{O}_2$ ジビニルベンジジンジビニルベンジジン $\text{C}_{40}\text{H}_{72}\text{N}_2\text{O}_2$ = 45/50/5%の高架橋ポリマからなり、シェル部のポリマがアクリルからなるシェルコア構造粒子(固形分濃度10重量%、平均粒子径26 nm、シェル/コア比=1.5/1.0(直径比)、シェルTg=20℃)を更に純水で希釈し、固形分濃度0.1重量%の塗料を調製した。その他は実施例1と全く同様にして積層ポリエステルフィルムを得た。熱処理後の積層フィルムにおける塗布量は0.0026 g/m²であった。以下、実施例1と同様

に磁気テープを得た。積層ポリエステルフィルムおよび磁気テープの特性を表1及び表2に示した。

【0052】実施例5

実施例4の塗料濃度を0.05重量%とした他は実施例4とまったく同様にして熱処理後の積層フィルムにおける塗布量0.013 g/m²の積層ポリエステルフィルムを得、実施例4と同様に磁気テープを得た。積層ポリエステルフィルムおよび磁気テープの特性を表1及び表2に示した。

【0053】実施例6

実施例4のコア部ポリマはそのままにして、シェル部ポリマをポリエステル共重合体とした他は実施例4とまったく同様にして積層ポリエステルフィルムを得た。熱処理後の積層フィルムにおける塗布量は0.0026 g/m²であった。以下、実施例1と同様に磁気テープを得た。積層ポリエステルフィルムおよび磁気テープの特性を表1及び表2に示した。

【0054】実施例7

実施例4に基づいて、実施例4で使用した塗料の濃度を0.015重量%(固形分)とし、さらに界面活性剤(日本油脂(株)製ニューレックスR)を0.15重量%(固形分)、シランカップリング剤(信越化学(株)製KBM603)を0.01重量%(固形分)それぞれ加えた他は実施例4とまったく同様にして積層ポリエステルフィルムを得た。熱処理後の積層フィルムにおける塗布量は0.00038 g/m²であった。積層ポリエステルフィルムおよび磁気テープの特性を表1及び表2に示した。

【0055】実施例8

常法によって製造された重合触媒残査等に基づく内部粒子ならびに不活性粒子をできる限り含まない、溶液ヘイズ0.8%のポリエチレンフタレート(ホノモリマチック(固有粘度=0.62、融点:259℃)を180℃で2時間減圧乾燥(3mmHg)した。このチップを280℃で圧縮比3.8のスクリュウを有した押出機に供給しT型口金から溶融押出し、静電印加法を用いて表面温度20℃の冷却ドラムに巻き付けて冷却固化せしめ、未延伸フィルムとした後、得られたフィルムを90℃でロール延伸によって縦方向に3.5倍延伸し、表面にコロナ放電処理を施した後、コア部が架橋性アクリルからなり、シェル部が熱可塑性アクリルからなるシェルコア構造粒子(固形分濃度30重量%、平均粒子径65 nm、シェル/コア比=1/1(重量比)、シェルTg=0℃、コアTg=75℃)を更に純水で希釈し、固形分濃度0.15重量%の塗料を調製した。

【0056】さらに、テレフタル酸87.5モル%、5-ナトリウムスルホイソフタル酸12.5モル%、グリコール成分としてエチレングリコール94モル%、ジエチレングリコール6モル%からなる水溶性共重合ポリエステルを水に溶解して固形分濃度0.5重量%の塗料を

調製した。この塗料固形分濃度0.15重量%のシェルコア粒子と固形分濃度0.5重量%の水溶性共重合ポリエステルを1:1の重量比に採取し、よくブレンドして本発明の塗料とした。

【0057】この塗料を、前記一軸延伸フィルムの片面にメタリングパーコート法で塗布した後、該塗布層を乾燥しつつ100℃で横方向に3.6倍延伸し、さらに200℃で横方向に5%再延伸した後、横方向に2%弛緩しつつ225℃で5秒間熱処理して、熱処理後の積層フィルムにおける塗布量0.017g/m²が積層された、厚さ12μmの積層ポリエステルフィルムを得た。この積層ポリエステルフィルムの各特性を表1及び表2に示した。次いで、該フィルムに電子ビーム蒸着法にてCo-Ni1合金(Ni20重量%)を1500オングストローム斜め蒸着した。該蒸着フィルム上の蒸着面にトリクロロフルオロエタンの分散したパールフロロアルキルエーテル金属塩を固形分で約30mg/m²塗布し、さらに該フィルムの裏面にアルキルアンモニウムエステルを含むポリイソシアネート、ポリウレタンおよびトロールコースからなる混合物を乾燥後の厚さが0.8μmになるように塗布してバックコート層を形成した後、1/2インチ幅にスリットして磁気テープを得た。この磁気テープ特性を評価した結果を表2に併せて示した。

【0058】実施例9

実施例1に基づいて、実施例1の塗料に替えて、コア部のポリマがスチレン/ジビニルベンゼン/エチレン/ジビニルベンゼン=45/50/5%の高架橋ポリマとなり、シェル部のポリマがアクリルからなるシェルコア構造粒子(固形分濃度10重量%、平均粒子径2.6nm、シェル/コア比=1.5/1.0(直径比)、シェルTg=20℃)を更に純水で希釈し、固形分濃度0.1重量%の塗料を調製した。

【0059】さらに、テレフタル酸87.5モル%、5-ナトリウムスルホイソフタル酸12.5モル%、グリコール成分としてエチレングリコール94モル%、ジエチレングリコール6モル%からなる水溶性共重合ポリエステルを水に溶解して固形分濃度0.7重量%の塗料を調製した。この塗料固形分濃度0.15重量%のシェルコア粒子と固形分濃度0.7重量%の水溶性共重合ポリエステルを重量比で1:1採取しよくブレンドして本発明の塗料とした。

【0060】その他は実施例1と全く同様にして積層ポリエステルフィルムを得た。熱処理後の積層フィルムにおける塗布量は0.02g/m²であった。以下、実施例1と同様に磁気テープを得た。積層ポリエステルフィルムおよび磁気テープの特性を表1及び表2に示した。

【0061】実施例10

実施例3のコア部のポリマがスチレン/ジビニルベンゼン/エチレン/ジビニルベンゼン=45/50/5%の高架橋ポリマとなり、シェル部のポリマがアクリルからなるシェルコア構造粒子(固形分濃度10重量%、平均粒子径2.6nm、シェル

/コア比=1.5/1.0(直径比)、シェルTg=20℃)を更に純水で希釈し、固形分濃度0.015重量%の塗料を調製した。

【0062】さらに、テレフタル酸87.5モル%、5-ナトリウムスルホイソフタル酸12.5モル%、グリコール成分としてエチレングリコール94モル%、ジエチレングリコール6モル%からなる共重合ポリエステル85重量%にポリエチレングリコール(分子量600)15重量%を含有させた水溶性共重合ポリエステルを水に溶解して固形分濃度0.5重量%の塗料を調製した。固形分濃度0.015重量%のシェルコア粒子と固形分濃度0.5重量%のポリエチレングリコール15重量%含有水溶性共重合ポリエステルを1:1の重量比で採取し、よくブレンドして本発明の塗料とした。その他は実施例1と全く同様にして積層ポリエステルフィルムを得た。熱処理後の積層フィルムにおける塗布量は0.013g/m²であった。以下、実施例1と同様に磁気テープを得た。積層ポリエステルフィルムおよび磁気テープの特性を表1及び表2に示した。

【0063】比較例1

塗料として、直径が0.1μmの $\text{SiO}_2/\text{ジビニルベンゼン/エチレン/ジビニルベンゼン}$ =45/50/5%の有機粒子分散体を熱可塑性アクリル樹脂の固形分100重量部に対して固形分で0.3重量部添加した他は実施例1とまったく同様にして、熱処理後の積層フィルムにおける塗布量が0.003g/m²の積層ポリエステルフィルムおよび磁気テープを得た。各特性を表1及び表2に示したとおりであり、本発明外の粒子を使用したため形成した突起の脱落が多く、平滑性に劣るフィルムであった。磁気テープ特性も良好なものではなかった。

【0064】比較例2

比較例1で使用した熱可塑性アクリル樹脂単独の塗料を用い、熱処理後の積層フィルムにおける塗布量を0.06g/m²とした他は実施例1と同様にして積層ポリエステルフィルムおよび磁気テープを得た。各特性は表1及び表2に示したが、突起が形成されず滑りに劣るフィルムであり、磁気テープ特性も劣るものであった。

【0065】比較例3

実施例1に基づいて、実施例1と同様の塗料で熱処理後の積層フィルムにおける塗布量を0.06g/m²としたほかは実施例1と同様の方法で積層ポリエステルフィルムを得た。積層ポリエステルフィルムおよび磁気テープの特性を表1及び表2に示したが、突起が形成されないため滑りが悪く、各特性が共に優れた磁気記録媒体を得ることができなかった。

【0066】比較例4

実施例1に基づいて、実施例1と同様の塗料で熱処理後の積層フィルムにおける塗布量を0.00005g/m²としたほかは実施例1と同様の方法で積層ポリエステルフィルムを得た。積層ポリエステルフィルムおよび磁

気テープの特性を表1及び表2に示したが、突起数が極めて少なく滑り性の悪いフィルムであり、各特性が共に優れた磁気記録媒体をすることができなかった。

*

*【0067】

【表1】

表1

| | 積層ポリエステルフィルムの特性 | | | |
|-------|-----------------|---|--------------------|--------------------|
| | 表面粗さ (nm) | 突起の個数 $\times 10^6$ 個/ mm^2 | 突起の ポイド率 (%) | フィルム ヘイズ (%) |
| 実施例1 | 3.3 | 70 | 2 | 0.11 |
| 実施例2 | 3.5 | 50 | 2 | 0.10 |
| 実施例3 | 3.8 | 15 | 3 | 0.09 |
| 実施例4 | 5.0 | 800 | 4 | 0.13 |
| 実施例5 | 5.4 | 400 | 4 | 0.12 |
| 実施例6 | 5.6 | 700 | 3 | 0.10 |
| 実施例7 | 5.3 | 120 | 3 | 0.13 |
| 実施例8 | 3.0 | 70 | 2 | 0.11 |
| 実施例9 | 3.5 | 900 | 3 | 0.09 |
| 実施例10 | 3.3 | 120 | 4 | 0.13 |
| 比較例1 | 3.5 | 5 | 14 | 0.35 |
| 比較例2 | 2.0 | 突起なし | — | 0.25 |
| 比較例3 | 2.3 | 突起なし | — | 0.20 |
| 比較例4 | 5.8 | 0.7 | 5 | 0.12 |

【表2】

表2

| | フィルムの特性 | | | | 磁気記録媒体特性 | |
|-------|---------|-------|----------|----------|-----------|------------|
| | 平滑性 | | 易擦 著性 | 耐削 れ性 | 耐久 走行性 | 電磁変換 特性 |
| | μ | μ | | | | |
| 実施例1 | 0.85 | 0.27 | ○ | ○ | ○ | 良好 |
| 実施例2 | 0.88 | 0.10 | ○ | ○ | ○ | 良好 |
| 実施例3 | 0.90 | 0.33 | ○ | ○ | ○ | 良好 |
| 実施例4 | 0.45 | 0.33 | ○ | ○ | ○ | 良好 |
| 実施例5 | 0.80 | 0.30 | ○ | ○ | ○ | 良好 |
| 実施例6 | 0.95 | 0.30 | ○ | ○ | ○ | 良好 |
| 実施例7 | 0.35 | 0.35 | ○ | ○ | ○ | 良好 |
| 実施例8 | 0.38 | 0.29 | ◎ | ◎ | ◎ | 良好 |
| 実施例9 | 0.94 | 0.33 | ◎ | ◎ | ◎ | 良好 |
| 実施例10 | 0.90 | 0.22 | ◎ | ◎ | ◎ | 良好 |
| 比較例1 | 1.20 | 0.45 | △ | × | × | 不良 |
| 比較例2 | 2.40 | 0.50 | ○ | △ | × | 不良 |
| 比較例3 | 2.20 | 0.55 | ○ | △ | × | 不良 |
| 比較例4 | 1.80 | 0.40 | × | × | × | 不良 |

【0068】

50 【発明の効果】本発明フィルムは、内部より外部が軟質

なシェルコア構造の粒子に基づく表面突起を有するため、透明性、平滑性、易滑性に優れる。更に水溶性ポリ

エステル共重合ポリエステルで該突起を包含することにより、耐削れ性、走行耐久性にも優れる。